

R2

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-245940

(43)Date of publication of application : 19.09.1997

51)Int.Cl.

H05B 3/14

F23Q 7/00

21)Application number : 08-048742

(71)Applicant : JIDOSHA KIKI CO LTD

22)Date of filing : 06.03.1996

(72)Inventor : SAKURAI CHIHIRO
TANAKA ARIHITO
MOTONAGA KAZUO

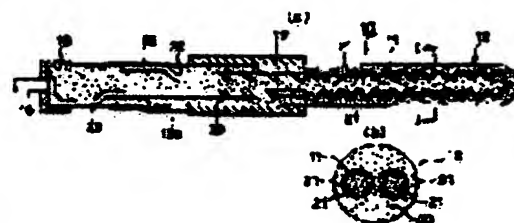
BEST AVAILABLE COPY

54) CERAMIC HEAT GENERATION BODY, AND MANUFACTURE THEREOF

57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent cracking or peeling at a ceramic part caused by a differential thermal expansion coefficient between metal and ceramic in a ceramic heat generation body, prevent generation of a reaction layer, maintain resistance stability, and secure durability to repeated use.

SOLUTION: A heater base material 11 is formed of one sort of metal, or two or three sorts of alloy of W, Re, Mo, Ta, Nb, Ti, Cr. An outer shell 30 in which the heater base material 11 is embedded is formed of insulation ceramic mainly comprising silicon nitride or silicon carbide. A middle layer 31 to embed the heater base material 11 around it in the outer shell 30 is formed of ceramic including a compound including one, two, or three elements of Al, Ce, Y, Mg, Ca, in which an element O, or H and N are coupled with them, or especially assistant components, and this is sintered in an atmospheric pressure, or sintered in a pressurized atmosphere to form a ceramic heat generation body 12.



LEGAL STATUS

Date of request for examination]

Date of sending the examiner's decision of rejection]

Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

Date of final disposal for application]

Patent number]

R2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-245940

(43) 公開日 平成9年(1997)9月19日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 5 B 3/14			H 0 5 B 3/14	B
F 2 3 Q 7/00			F 2 3 Q 7/00	V

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全7頁)

(21) 出願番号 特願平8-48742

(22) 出願日 平成8年(1996)3月6日

(71) 出願人 000181239

自動車機器株式会社

東京都渋谷区渋谷3丁目6番7号

(72) 発明者 桜井 千尋

埼玉県東松山市神明町2丁目11番6号 自動車機器株式会社松山工場内

(72) 発明者 田中 有仁

埼玉県東松山市神明町2丁目11番6号 自動車機器株式会社松山工場内

(72) 発明者 元永 一雄

埼玉県東松山市神明町2丁目11番6号 自動車機器株式会社松山工場内

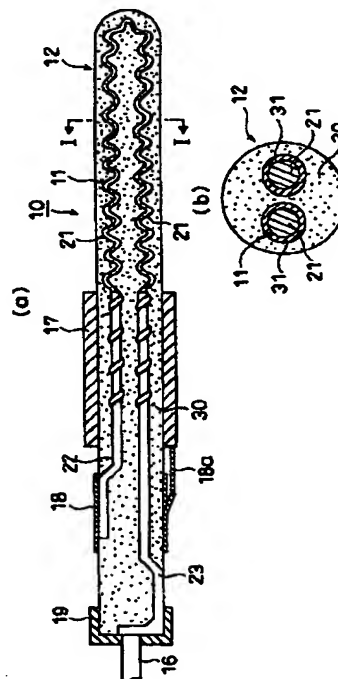
(74) 代理人 弁理士 山川 政樹

(54) 【発明の名称】 セラミック発熱体およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 セラミック発熱体での金属とセラミックスとの熱膨張係数の違いによるセラミックス部の割れや剥離を防ぐとともに、反応層の生成を防ぎ、抵抗安定性を維持し、さらに繰り返し使用による耐久性も確保する。

【構成】 ヒータ基材11を、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金によって形成する。このヒータ基材を埋設する外殻30を、窒化けい素または炭化けい素を主成分とする絶縁性セラミックスによって形成する。そして、ヒータ基材の周囲でこれを埋設する外殻との間の中間層31を、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有しこれに元素OあるいはOとNとが結びついている化合物、特に助剤成分を含めたセラミックスにより形成し、これを常圧焼結、雰囲気加圧焼結することによってセラミック発熱体12を形成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ヒータ基材を、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金によって形成し、

このヒータ基材を埋設する外殻を、窒化けい素または炭化けい素を主成分とする絶縁性セラミックスによって形成するとともに、

前記ヒータ基材の周囲でこれを埋設する外殻との間の中間層を、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有しこれに元素OあるいはOとNとが結びついている化合物によって形成したことを特徴とするセラミック発熱体。

【請求項2】 W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金からなるヒータ基材に、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有するゾルを、中間層としてコーティングし、

窒素雰囲気中あるいはアンモニア雰囲気中で熱処理した後、

窒化けい素または炭化けい素を主成分としたセラミックス中に埋設し、

常圧焼結することを特徴とするセラミック発熱体の製造方法。

【請求項3】 請求項2記載のセラミック発熱体の製造方法において、

常圧焼結に代えて雰囲気加圧焼結を行なうことを特徴とするセラミック発熱体の製造方法。

【請求項4】 W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金からなるヒータ基材に、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有する酸化物あるいは酸窒化物をプラズマコーティングし、

窒化けい素または炭化けい素を主成分としたセラミックス中に埋設し、

常圧焼結することを特徴とするセラミック発熱体の製造方法。

【請求項5】 請求項4記載のセラミック発熱体の製造方法において、

常圧焼結に代えて雰囲気加圧焼結を行なうことを特徴とするセラミック発熱体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、たとえば各種の加熱機器における加熱源、燃焼機器における点火源、あるいはディーゼルエンジンにおける始動補助用のグローブプラグなどとして高温状態で使用されるセラミック発熱体およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来一般的なディーゼルエンジン用のグローブプラグでは、耐熱金属製のシース内でニッケルクロ

ム(Ni-Cr)、鉄クロム(Fe-Cr)の金属材によるヒータ素材を、マグネシア(MgO)のような耐熱絶縁粉末に埋設することによってヒータ部を構成している。

【0003】このようなグローブプラグにおいて最近は、排ガス規制への対応を図ることが望まれ、800℃への到達時間を早くし、しかもピーク温度、飽和温度を高くするとともに、エンジン始動後のアフターグロー時間を長くする必要が生じている。これらの要請に応えるためには、ヒータ部でのヒータ素材を、高融点金属材で形成する必要があり、またシースも金属材よりも高温状態での使用が可能となるセラミックスで形成することが考えられている。たとえば特開昭61-235613号公報に記載されているように、タングステン(W)、モリブデン(Mo)のような高融点金属材を、耐酸化性、耐熱衝撃性に優れた窒化けい素、サイアロン、炭化けい素のような絶縁性セラミックス中に埋設して焼結することにより形成した、いわゆるセラミックヒータが知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上述した従来のセラミックヒータでは、金属材と絶縁性セラミックスとの間での熱膨張係数の違いや金属材と絶縁性セラミックスとの間にタングステンシリサイドのような反応層が生成するため、焼結時にセラミックス部に割れ、剥離等が生じたり、抵抗が不安定になったりする。そして、このような理由から、焼結時の温度をあまり高温に上げることができないため、現状ではホットプレス焼結が行われている。さらに、このようなホットプレスで焼結しても、発熱体の発熱が繰り返されるため、金属材とセラミックスとの熱膨張係数の違いにより、ヒータ素材とセラミックスとの間に割れ、剥離が生じることが多い。

【0005】ここで、上述した焼結時に生じる反応層は以下のようにして生成される。すなわち、セラミックヒータ、特に窒化けい素中にWあるいはMoを発熱体として埋設しているものでは、ホットプレス中にセラミックス、特に窒化けい素雰囲気中の焼結反応により、セラミックス-発熱体境界面に反応物質(ここではWSi、WO₂)が生成される。

【0006】このような反応物質が生成されると、セラミックス、発熱体境界から発熱体内部に拡散、転移により微小なクラックや内部欠陥等を引き起こす。そして、このような状況下にあるセラミックヒータがヒートサイクルまたは高温雰囲気中に晒されると、発熱体の酸化が促進される。このように酸化した発熱体は、体積が膨張し、発熱体を取り巻いているセラミックスを圧迫し、セラミックスを内部からクラックを発生させ易い。さらに、発熱体が酸化すると、抵抗値が変化し、発生熱量にばらつきが生じるという問題もあった。

【0007】また、特開平7-135068号公報に

は、上述したセラミックヒータの繰り返しの使用による発熱体（ヒータ基材）の断線を防ぐために、ヒータ基材の熱膨張係数よりも大きいTiNのような物質をヒータ基材に被膜した構造のものも知られている。さらに、特開昭61-179084号公報には、タングステンまたはモリブデンからなる抵抗発熱体（ヒータ基材）の表面を、非酸化物セラミックスで被覆する技術が開示されている。

【0008】しかし、上述した前者の特開平7-135068号公報におけるヒータでは、100回程度の加熱-冷却であれば良好であるが、グローブラグのように数千から数万回程度繰り返すと、セラミックスに割れが生じてしまう。また、後者の特開昭61-179084号公報のように、単なる非酸化物セラミックスで被覆すると、窒化けい素や炭化けい素に埋設して焼結する場合、ヒータ基材の表面が水玉状になって、いわゆる濡れの悪さのためにヒータ基材と被覆層であるセラミックスの界面に隙間ができてしまう。そして、このような隙間をヒータ基材と被覆層との間に生じると、ヒータ基材の金属が酸化したり、あるいは外殻のセラミックスに割れが生じる。

【0009】さらに、これらの従来の製造方法では、発熱体であるヒータ基材を被覆している被膜層の外殻を構成するセラミックスへの拡散を防ぐために、セラミックスの焼結法のうちのホットプレス焼結により焼結を行なうことが不可欠であった。しかし、このようなホットプレス焼結は機械的な加圧焼結であるために、セラミック発熱体を過圧力の均一性が得られる略楕円形状のような断面形状でしか成形することができず、成形形状が限定されるという問題がある。すなわち、このようなセラミック発熱体を組込む他の部品との組立時に有利な円形断面形状のような成形はできない。

【0010】したがって、従来から楕円形状のセラミック発熱体を成形後において、切削加工で所望の形状に形成することが考えられているが、上述したホットプレス焼結による成型品は非常に堅いものであり、後加工のための加工工数が増え、コスト高となるもので、このような点に配慮し、上述したセラミックスの割れや剥離を防止できる対策を講じることが望まれている。

【0011】本発明は上述した事情に鑑みてなされたものであり、セラミック発熱体に関してヒータ基材となる金属材料と外殻となるセラミックスとの熱膨張係数の違いによって、セラミックス部に割れ、剥離等が生じることを防ぎ、タングステンシリサイドのような反応層の生成も防止でき、抵抗安定性を維持し、さらに加圧しない焼結法である常圧焼結、あるいは気体圧力で加圧して焼結する雰囲気加圧焼結により形成することができ、セラミック発熱体を繰り返して使用しても、ヒータ基材と外殻のセラミックスとの間に割れや剥離が生じることのないセラミック発熱体およびその製造方法を得ることを目的

とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】このような要請に応えるために本発明に係るセラミック発熱体は、ヒータ基材を、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金によって形成し、このヒータ基材を埋設する外殻を、窒化けい素または炭化けい素を主成分とする絶縁性セラミックスによって形成するとともに、ヒータ基材の周囲でこれを埋設する外殻との間の中間層を、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有しこれに元素OあるいはOとNとが結びついている化合物によって形成したものである。

【0013】また、本発明に係るセラミック発熱体の製造方法は、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金からなるヒータ基材に、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有するゾルを、中間層としてコーティングし、窒素雰囲気中あるいはアンモニア雰囲気中で熱処理したり、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類または二種類以上の元素を含有する酸化物あるいは酸窒化物をプラズマコーティングしたりし、しかる後窒化けい素または炭化けい素を主成分としたセラミックス中に埋設し、常圧焼結または雰囲気加圧焼結するものである。

【0014】本発明によれば、外殻のセラミックスとヒータ基材との間にセラミックスの助剤となり得る成分を有する中間層を設けることにより、金属材料によるヒータ基材と外殻のセラミックスとの熱膨張係数の違いによる外殻セラミックス部での割れや剥離を防ぎ、またタングステンシリサイドのような反応層の生成も防止し、発熱体としての抵抗安定性を維持し、さらに常圧焼結または雰囲気加圧焼結することが可能である。そして、このようにして得られるセラミック発熱体によれば、繰り返して使用しても、ヒータ基材と外殻のセラミックスとの間に割れや剥離が生じることはない。

【0015】セラミック発熱体の外形形状は、断面円形形状を呈するように形成することができるが、これに限定されない。このようなセラミック発熱体の外殻は、従来のようなホットプレス焼結ではなく、常圧焼結、雰囲気加圧焼結のいずれかで行なわれる。ヒータ基材は、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種以上である二種または三種の合金によって形成される。中間層は、Siは除き、セラミックスとの結合の助剤となるAl、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、もしくはそれ以上である二種類または三種類の元素を含有しこれに元素OあるいはOとNとが結びついている化合物によって形成される。この中間層は、ゾルをコーティングしてから窒素雰囲気中またはアンモニア雰囲気中で熱処理したり、酸化物あるいは酸窒

化物をプラズマコーティングしたりすることにより形成される。

【0016】

【発明の実施の形態】図1および図2は本発明に係るセラミック発熱体およびその製造方法の一つの実施の形態を示す。これらの図において、この実施の形態では、セラミック発熱体を、ディーゼルエンジン用グローブラグ10に用いる場合を説明する。このようなディーゼルエンジン用グローブラグ10は、発熱体21とそのリード部22、23とからなるヒータ基材11をたとえば窒化けい素(Si₃N₄)のような絶縁性セラミックスによる外殻30中に埋設してなる棒状セラミックヒータ12と、このヒータ12を先端部において保持する略管状を呈する金属製ホルダ13とを備えている。

【0017】なお、この金属製ホルダ13は、クリーブに強い材質、たとえばS45Cのような炭素鋼やこれに類する材料で形成されている。前記ホルダ13の後端側には、絶縁性セラミックスからなる絶縁ブッシュ14を介して棒状外部接続端子15が嵌め込まれ保持されている。16はこの外部接続端子15の内方端を前記セラミックヒータ12の後端面において一方のリード部23と電気的に接続するためのリード線で、このリード線16には絶縁チューブ16aが嵌装されている。なお、19はヒータ12の後端部に設けた金属製キャップである。

【0018】17は前記セラミックヒータ12の中央部に嵌装されこれをホルダ13の先端部に保持するための金属製補助パイプである。また、この補助パイプ17には、ヒータ12の後端側に嵌装して他方のリード部22と電気的に接続した金属製リング18の一部18aが接続され、これによりボディアースされるように構成されている。なお、図中13aはホルダ13外周に形成されたねじ部で、図示しないエンジンシリンダヘッド側のねじ孔に螺合され、ヒータ12先端がエンジンの副燃焼室(燃焼室)内に突出させた状態になるように取付けるためのものである。

【0019】本発明によれば、上述したようなグローブラグ10に用いるセラミックヒータ12において、図1(a)、(b)に示すように、ヒータ基材11(21、22、23)を、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金によって形成し、このヒータ基材11を埋設する外殻30を、窒化けい素(または炭化けい素)を主成分とする絶縁性セラミックスによって形成するとともに、ヒータ基材11の周囲でこれを埋設する外殻30との間の中間層31、31を、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有しこれに元素OあるいはOとNとが結びついている化合物によって形成している。

【0020】ここで、上述したヒータ基材11の材質において、高融点金属であるW、Re、Mo、Ta、N

b、Ni、Crもしくはこれらの合金の純度は、特に限定されないが融点低下を防ぐために95重量%以上であることが好ましく、またヒータとして使用するためのワイヤあるいは平板等のような形状で加工されていることが望ましい。なお、合金としては、前述した高融点金属を基にする合金であれば、組成は特に限定されないが、好適な合金としては、W-Mo、W-Re、Ni-Cr等である。

【0021】そして、上述した中間層31がヒータ基材11とこれを埋設した外殻30との間に存在することが本発明の特徴であるが、その理由は、タングステンシサイドのようなシリサイドの生成を防ぎ、抵抗を安定にすること、セラミックスと金属との熱膨張差を緩和し、外殻30を形成するセラミックス側の割れを防ぐことである。そして、様々な実験を重ねた結果、この中間層31、31は外殻30の窒化けい素あるいは炭化けい素の焼結助剤となる組成であることが必要であることを見出した。すなわち、Al、Ce、Y、Mg、Caの中から選ばれる一種類、二種類または三種類の元素を含有し、それらが元素OあるいはOおよびNと結びついている化合物でなければならない。

【0022】このような物質であるための理由は明らかではないものの、たとえば窒化けい素あるいは炭化けい素との濡れが良好であること、ヒータ基材11の金属よりも熱膨張係数が小さく、外殻30の窒化けい素あるいは炭化けい素よりも大きいことであると考えられる。また、このような中間層31、31の厚さも特に規定されないが、熱膨張差の緩和および金属と外殻30のセラミックス成分であるSiとの反応を避けるために5μm以上であることが好ましい。さらに、外殻30はセラミック発熱体であるセラミックヒータ12に必要な耐熱性、耐酸化性、耐熱衝撃性などの特性から窒化けい素あるいは炭化けい素でなければならない。

【0023】次に、本発明に係るセラミック発熱体であるセラミックヒータ12の製造方法について述べる。ヒータ基材11(21、22、23)との間の中間層31、金属材からなるヒータ基材11にゾルをコーティングする方法としては、刷毛塗り、ディップコーティング、スピンコーティングなど、既知の手法で行なうことができる。このようなコーティングの膜厚は、そのヒータ12の使用環境、その他の条件に影響されるが5μm以上とすることが望ましい。

【0024】しかし、ディップコーティング、スピンコーティングでは、一回のコーティングによる厚みが0.5μm程度と薄いので、乾燥とコーティングとを数回繰り返して行い、コーティングの厚みを増大させ、所望の厚さとすればよい。なお、コーティング厚さの上限は、余り厚いとコーティングに時間がかかり、コスト高となること、またコーティング自体に割れが入ることから決められる。

【0025】一方、上述した中間層31を得るためのゾルの形態は、特に規定されるものではないが、たとえばアルコキシドの加水分解によって作成されたゾル、コロイドを分散したゾルを例示できる。なお、このようなゾルの溶媒は、乾燥が速い、良好な表面粗度が得られる、乾燥後の密着性が良好となることから、有機溶媒であることが望ましい。

【0026】また、コーティングされたゾルは、コーティング被膜（中間層31）とヒータ基材11との密着性を良くするために、ヒータ基材11の耐酸化性を上げるため、および熱膨張係数を外殻30のセラミックスと金属の中間にするために、酸化物あるいは酸化塩化物にする熱処理を施す。この際の処理温度は、金属の種類、ゾルの種類により変化するが、200℃以上の温度が必要である。ただし、あまり急激な昇温速度で熱処理を行なうと割れが生じる場合があるため、昇温速度として200℃/h程度以下が望ましい。

【0027】熱処理は、窒素あるいはアンモニア雰囲気中で行なう。このようにすれば、ゾル中にN、Oが存在する場合、金属および処理条件によって、酸化物、酸窒化物が生成する。上述した方法によりコーティングされたヒータ素材11を窒化けい素あるいは炭化けい素による外殻30を構成するセラミックス粉体に埋設し、一軸プレスあるいはCIP（Cold Isostatic Press）を行い、常圧焼結または雰囲気加圧焼結を行ない、セラミックス発熱体（セラミックヒータ12）を製造する。ここで、窒化けい素または炭化けい素によるセラミックスとは助剤成分を含めた窒化けい素セラミックスまたは炭化けい素セラミックスのことである。

【0028】そして、このような本発明によれば、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのうちの一種の金属もしくは二種または三種の合金からなるヒータ基材11（21、22、23）に、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有する酸化物あるいは酸化塩化物を中間層31としてプラズマコーティングし、その後にコーティングした場合と同様に、窒化けい素あるいは炭化けい素のセラミック粉末を埋設し、一軸プレスまたはCIPを行い、常圧焼結または雰囲気加圧焼結を行い、セラミック発熱体を製造する。

【0029】ここで、プラズマコーティングは既知の方法でコーティングを行なうことができる。このようなコーティングを行なう酸化物あるいは酸化塩化物とは、Al₂O₃、MgAl₂O₄、CeO₂等を例示することもできるが、結晶質のみではなく、Al、Ce、Y、Mg、Caのうちの一種類、二種類または三種類の元素を含有されておれば非結晶でもよい。

【0030】このような本発明によれば、外殻30となるセラミックスとヒータ素材11との間にセラミックス

の助剤になり得る成分を有する中間層31を設けることによって、金属とセラミックスの熱膨張係数の違いによる外殻セラミックス部の割れ、剥離等を防ぎ、タングステンシリサイドのような反応層の生成を防ぎ、抵抗安定性を維持し、さらに常圧焼結または雰囲気加圧焼結することが可能である。そして、このようにして得られるセラミック発熱体12によれば、繰り返し使用しても、ヒータ基材11とセラミックスによる外殻30との間に割れや剥離が生じない。

【0031】なお、本発明は上述した実施の形態で説明した構造には限定されず、各部の形状、構造等を適宜変形、変更し得ることは言うまでもない。たとえば上述した実施の形態では、セラミック発熱体をディーゼルエンジン用グローブラグに用いた場合を示したが、これに限定されず、CVD（化学的気相蒸着法）用の加熱ヒータや、石油ファンヒータ用のヒータ等に適用することができる。また、各部の材質や形状、構造などとしても、広く知られている通り、適宜の変形例が考えられる。

【0032】

【実施例】

（実施例1）マグネシウムエトキシド：アルミニウムブトキシド：ブタノール：水を、1：1：5：2で混合し、60℃で一時間環流してゾルを形成した。また、W、Re、Mo、Ta、Nb、Ni、Crのような金属材料あるいはW-Re、Ni-Cr合金からなるヒータ基材11にゾルをディップコーティングした。そして、80℃での乾燥とディップコーティングを10回繰り返して約10μmの厚さのコーティングとした。その後、200℃/hの昇温速度、800℃×1h、窒素気流中で

の熱処理を行ない、中間層31を形成した。

【0033】以上の操作により製造されたヒータ基材11を助剤の入った窒化けい素によるセラミックス粉体に埋設し、雰囲気加圧焼結を行い、セラミック発熱体12を製造した。その後、このような発熱体に11.5Vを10秒間印加し、30秒間停止して空冷させるという冷熱サイクルを2万回行った。そのときの発熱温度が1300℃まで達するかどうかの耐久性試験およびこの試験後の窒化けい素質の外殻30におけるクラックの有無を観察した。

【0034】また、比較のために、上述したコーティングを行っておらず、しかもホットプレスという従来方法で製造した、Wをヒータ基材とするセラミック発熱体を比較試料として5本準備し、同様な試験を行った。これらの試験結果を表1に示す。

【0035】

【表1】

試験項目 材 料	耐久性	割れ
W	○	○
Re	○	○
Mo	○	○
Ta	○	○
Nb	○	○
Ni	○	○
Cr	○	○
W-Re	○	○
Ni-Cr	○	○
(比較試料)		
No. 1	○	×
No. 2	○	○
No. 3	○	○
No. 4	○	○
No. 5	×	○

なお、比較例No. 5での耐久性が「×」であるのは中間層がないことによる断線のためである。

【0036】(実施例2) W-ReにAl₂O₃とTiNをプラズマコーティングした。その後は、上述した実施例1と同様の試験を行った。このような実施例2では、Al₂O₃のコーティングでは耐久性、割れともに問題はなかった。しかし、TiNのコーティングでは、2230サイクルからは1300℃まで昇温しなくなり、試験後に炭化けい素質の外殻30に割れが発生していた。

【0037】

【発明の効果】以上説明したように本発明に係るセラミック発熱体によれば、外殻のセラミックスとヒータとの間にセラミックスの助剤になり得る成分をもつ中間層を*

* 設けることによって、金属とセラミックスとの熱膨張係数の違いによるセラミックス部の割れや剥離を防ぐとともに、タングステンシリサイドのような反応層の生成を防ぎ、抵抗安定性を維持することができる。

【0038】さらに、本発明に係るセラミック発熱体の製造方法によれば、従来のようなホットプレス焼結を必要とせず、常圧焼結または雰囲気加圧焼結することができる。そして、このようにして製造したセラミック発熱体によれば、これを繰り返して使用しても、ヒータとセラミックスとの間に割れ、剥離が生じない。また、これらの効果によって、ホットプレスを省略することができるため、安価でしかも耐久性に優れたセラミックス発熱体を得ることができる。

【0039】特に、本発明によれば、従来のホットプレス焼結を行わずに、他の部品との組立時に有利となる断面円形状のグローブラグを、常圧焼結または雰囲気加圧焼結で得ることができるという利点がある。

【図面の簡単な説明】

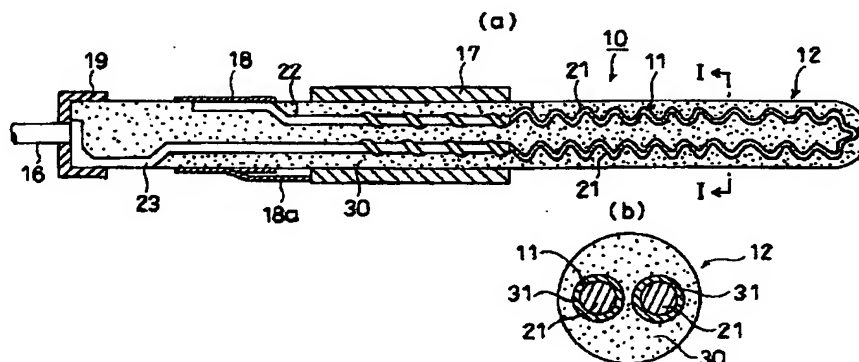
【図1】 本発明に係るセラミック発熱体およびその製造方法の一つの実施の形態を示し、(a)はディーゼルエンジン用グローブラグに用いるセラミックヒータの断面図、(b)はそのI-I線断面図である。

【図2】 本発明を適用するディーゼルエンジン用グローブラグ全体の構成を説明するための断面図である。

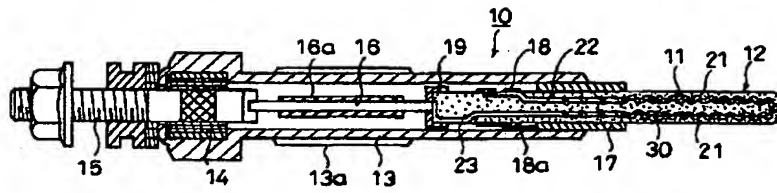
【符号の説明】

10…ディーゼルエンジン用グローブラグ、11…ヒータ基材、12…セラミックヒータ（セラミック発熱体）、13…金属製ホルダ、21…発熱体、22、23…リード部、30…セラミックスによる外殻、31…中間層。

【図1】



【図2】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.